

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2002年10月21日

出 願 番 号
Application Number:

特願2002-306144

[ST.10/C]:

[JP 2002-306144]

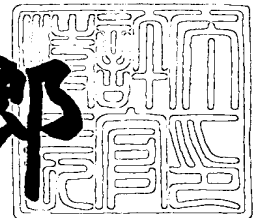
出 願 人
Applicant(s):

富士電機株式会社

2003年 6月 9日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特2003-3044662

【書類名】 特許願

【整理番号】 02P01399

【提出日】 平成14年10月21日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G11B 5/738
G11B 5/673

【発明の名称】 垂直磁気記録媒体および垂直磁気記録媒体の製造方法

【請求項の数】 5

【発明者】
【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 富士電機株式
会社内

【氏名】 河田 泰之

【特許出願人】
【識別番号】 000005234
【氏名又は名称】 富士電機株式会社

【代理人】
【識別番号】 100077481
【弁理士】
【氏名又は名称】 谷 義一

【選任した代理人】
【識別番号】 100088915
【弁理士】
【氏名又は名称】 阿部 和夫

【選任した代理人】
【識別番号】 100106998
【弁理士】
【氏名又は名称】 橋本 傳一

【手数料の表示】
【予納台帳番号】 013424

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9707403

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 垂直磁気記録媒体および垂直磁気記録媒体の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 非磁性基板上に、T a の第 1 の結晶配向制御層と、N i F e C r 混晶の第 2 の結晶配向制御層と、R u の下地層と、垂直磁性層と、が順次積層されており、

前記垂直磁性層は、C o に S i O₂ を添加した C o - S i O₂ 層と P t 層とが交互に多層積層された C o - S i O₂ / P t 構造を有し、

前記第 2 の結晶配向制御層の混晶組成が、前記下地層を c 軸結晶配向させるように設定されていることを特徴とする垂直磁気記録媒体。

【請求項 2】 前記 C o - S i O₂ 層中の S i O₂ 添加量は 2 ～ 1 5 m o l % であり、前記第 2 の結晶配向制御層は N i - 1 0 ～ 2 0 F e - 2 0 ～ 3 0 C r (a t %) の組成を有していることを特徴とする請求項 1 に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項 3】 前記第 1 の結晶配向制御層の膜厚は 1 ～ 1 0 n m、前記第 2 の結晶配向制御層の膜厚は 5 ～ 1 5 n m、前記下地層の膜厚は 1 0 ～ 2 0 n m、前記 C o - S i O₂ 層の膜厚は 0 . 2 ～ 0 . 8 n m、前記 P t 層の膜厚は 0 . 1 ～ 1 n m、であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項 4】 前記非磁性基板と前記第 1 の結晶配向制御層との間に、膜厚 5 0 ～ 4 0 0 n m の軟磁性の裏打ち層が設けられていることを特徴とする請求項 1 乃至 3 の何れかに記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項 5】 請求項 1 乃至 4 の何れかに記載の垂直磁気記録媒体の製造方法であって、

前記下地層の成膜後、前記垂直磁性層の成膜前に、前記下地層の表面を、1 ～ 1 0 % の酸素を混合させたガス圧 0 . 1 ～ 1 0 P a の A r ガス中に 1 ～ 2 0 秒間曝して R u 表面に酸素を吸着させるステップを備えていることを特徴とする垂直磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は垂直磁気記録媒体およびその製造方法に関し、より詳細には、低媒体ノイズで記録再生特性に優れる垂直磁気記録媒体およびその製造方法に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

近年のパーソナルコンピュータやワークステーションには、記憶装置として大容量で小型の磁気記録装置が搭載されており、磁気記録媒体としての磁気ディスクにはさらなる高記録密度化が要求されている。

【 0 0 0 3 】

現在実用化されている磁気記録方式は、磁化容易軸を磁気記録媒体面に平行とする面内（長手）磁気記録方式であり、この方式において記録密度を向上させるには、記録媒体の磁性膜の残留磁化（ B_r ）と磁性層膜厚（ t ）との積を小さくするとともに、保磁力（ H_c ）を増大させる必要がある。このために磁性膜の膜厚を薄くして結晶粒径を制御するための試みがなされている。

【 0 0 0 4 】

しかしながら、面内磁気記録方式においてはビット長の短縮化につれて反磁界が増加し残留磁束密度が減少するために再生出力が低下するという問題に加え、結晶粒の微細化や薄膜化によって生じてくる「熱揺らぎ問題」もあり、この方式によって磁気ディスクなどの磁気記録媒体をさらに高密度化するに際しての技術的困難が予想される。

【 0 0 0 5 】

一方、上述した問題を解決して面記録密度を向上させる手法として垂直磁気記録方式が検討されている。この方式の磁気記録媒体は、磁性膜の磁化容易軸が基板面に対し垂直方向に配向しており、磁化遷移領域において互いに隣合った磁化同士が向合っていないため、ビット長が短くなっても磁化が安定で面内磁気記録媒体のような磁束の減少もないことから高密度磁気記録媒体として適している。

【 0 0 0 6 】

このように、垂直磁気記録媒体は面内磁気記録媒体よりも高密度磁気記録媒体

として有利である反面、媒体ノイズが高いという欠点を有している。一般に、媒体ノイズを低減させるほど記録再生特性は向上して高密度記録化が達成されるため、媒体ノイズの低減を図るべく垂直磁気記録媒体の層構成を工夫する試みがなされてきている。

【0007】

このような公知の垂直磁気記録媒体の構成としては、例えば、アルミやガラス等の非磁性基板上に軟磁性の裏打ち層を形成し、その上に磁性層を垂直に配向させるための下地層を形成し、さらに、その上に垂直磁気記録層と保護層を形成するという「2層垂直磁気記録媒体」が知られており（例えば、特許文献1参照）、この垂直磁気記録層として、Co-Cr、Co-Cr-Ta、Co-Cr-PtなどのCo基合金からなる垂直磁化膜、Pt/CoやPd/Coなどの多層積層垂直磁化膜、Tb-CoやTb-Fe-Coなどの非晶質垂直磁化膜、などの多くの多層膜構成が検討されており、なかでも、Pt/CoやPd/Coなどの多層積層垂直磁化膜は垂直磁気異方性が大きく、熱安定性が高く、保磁力が大きく、さらに、角型比も容易に1.0近傍の値が得られることなどの理由により、将来の高記録密度媒体として盛んに研究されている（例えば、特許文献2参照）。

【0008】

【特許文献1】

特開2000-158925号公報

【0009】

【特許文献2】

特開平10-277116号公報

【0010】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、このような従来の多層膜構成の垂直磁気記録媒体の媒体ノイズの低減化は未だ充分ではなく、媒体ノイズをさらに低減させて記録再生特性をさらに向上させてゆく必要がある。

【0011】

本発明は、このような問題に鑑みてなされたもので、その目的とするところは、媒体ノイズの低減化を図り、高記録密度で記録再生特性に優れる垂直磁気記録媒体およびその製造方法を提供することにある。

【 0 0 1 2 】

【課題を解決するための手段】

本発明は、かかる目的を達成するために、請求項 1 に記載の発明は、垂直磁気記録媒体であって、非磁性基板上に、T a の第 1 の結晶配向制御層と、N i F e C r 混晶の第 2 の結晶配向制御層と、R u の下地層と、垂直磁性層と、が順次積層されており、前記垂直磁性層は、C o に S i O₂ を添加した C o - S i O₂ 層と P t 層とが交互に多層積層された C o - S i O₂ / P t 構造を有し、前記第 2 の結晶配向制御層の混晶組成が、前記下地層を c 軸結晶配向させるように設定されていることを特徴とする。

【 0 0 1 3 】

また、請求項 2 に記載の発明は、請求項 1 に記載の垂直磁気記録媒体において、前記 C o - S i O₂ 層中の S i O₂ 添加量は 2 ～ 1 5 m o l % であり、前記第 2 の結晶配向制御層は N i - 1 0 ～ 2 0 F e - 2 0 ～ 3 0 C r (a t %) の組成を有していることを特徴とする。

【 0 0 1 4 】

また、請求項 3 に記載の発明は、請求項 1 または 2 に記載の垂直磁気記録媒体において、前記第 1 の結晶配向制御層の膜厚は 1 ～ 1 0 n m 、前記第 2 の結晶配向制御層の膜厚は 5 ～ 1 5 n m 、前記下地層の膜厚は 1 0 ～ 2 0 n m 、前記 C o - S i O₂ 層の膜厚は 0 . 2 ～ 0 . 8 n m 、前記 P t 層の膜厚は 0 . 1 ～ 1 n m 、であることを特徴とする。

【 0 0 1 5 】

また、請求項 4 に記載の発明は、請求項 1 乃至 3 の何れかに記載の垂直磁気記録媒体において、前記非磁性基板と前記第 1 の結晶配向制御層との間に、膜厚 5 0 ～ 4 0 0 n m の軟磁性の裏打ち層が設けられていることを特徴とする。

【 0 0 1 6 】

さらに、請求項 5 に記載の発明は、請求項 1 乃至 4 の何れかに記載の垂直磁気

記録媒体の製造方法であって、前記下地層の成膜後、前記垂直磁性層の成膜前に、前記下地層の表面を、1～10%の酸素を混合させたガス圧0.1～10PaのArガス中に1～20秒間曝してRu表面に酸素を吸着させるステップを備えていることを特徴とする。

【0017】

【発明の実施の形態】

以下に図面を参照して、本発明の実施の形態について説明する。

（実施例）

図1は、本発明の垂直磁気記録媒体の構成例を説明するための図で、この垂直磁気記録媒体は、Alなどの非磁性の基板1上に、軟磁性の裏打ち層2と、第1の結晶配向制御層3と、第2の結晶配向制御層4と、下地層5と、多層の垂直磁性層6と、カーボン（C）の保護層7が順次積層されて構成されている。

【0018】

この図に示した垂直磁気記録媒体は、磁性層6としてCo-SiO₂層6bとPt層6aとを交互に多層積層されたCo-SiO₂/Ptを用いることとし、CoにSiO₂を添加することでCo粒子間に非磁性のSiO₂を偏析させてCo粒子の微細化・孤立化を図っている。このようにすることで、SiO₂を添加させないCo/Ptなどの磁性層に比べて保磁力（H_c）を大きくすることができ、高記録密度化を可能としている。また、Co-SiO₂層6bとPt層6aとを交互に積層させることで、界面磁気異方性を利用して大きな結晶磁気異方性を得ることを可能とし、熱安定性を向上させている。このCo-SiO₂層6b中のSiO₂添加量は、好ましくは2～15mol%と設定される。

【0019】

また、下地層5として、表面に酸素吸着させたRu下地層を用いることにより、H_c付近での磁化曲線の傾きを緩やかにして垂直磁性層の粒子間の磁氣的相互作用を小さくし、記録再生を容易化している。

【0020】

さらに、Ru下地層5の結晶をc軸配向させて保磁力を向上させることを目的として、結晶配向制御用に第1の結晶配向制御層3としてTa層、第2の結晶配

向制御層 4 として NiFeCr 層を用いる。この場合の NiFeCr 層の組成は、NiFeCr 層上に設けられる Ru 下地層の結晶性向上と結晶配向制御性を低下させない範囲で適宜選択され、好ましくは、Ni が 10～20 at%、Fe が 20～30 at% の範囲 (Ni-10～20Fe-20～30Cr) で設定される。

【0021】

また、各層の厚みは、好ましくは、第 1 の結晶配向制御層 3 の膜厚は 1～10 nm、第 2 の結晶配向制御層 4 の膜厚は 5～15 nm、下地層 5 の膜厚は 10～20 nm、Co-SiO₂ 層 6b の膜厚は 0.2～0.8 nm、そして、Pt 層 6a の膜厚は 0.1～1 nm の範囲で設定される。

【0022】

これらの層に加え、非磁性の基板 1 と第 1 の結晶配向制御層 3 との間に軟磁性の CoZrTa の裏打ち層 2 を膜厚 50～400 nm の範囲で設けることで記録ヘッドでの書込能力を増大させることを可能としている。

【0023】

以下に、図 1 に示した構成の垂直磁気記録媒体の製造方法について説明する。用いる非磁性の基板は 3.5 インチ径の厚み 1 mm の Al 基板であるがその径や厚さは本質的ではなく、基板としてガラス基板を用いてもよい。

【0024】

基板を十分に洗浄したのちに、軟磁性の CoZrTa をスパッタ成膜して裏打ち層とする。ここで用いたターゲットは Co-5Zr-3Ta (at%) の組成である。スパッタガスとして Ar ガスを用い、約 1 Pa のガス圧下で室温にて約 200 nm の厚さに成膜した。なお、CoZrTa は室温成膜した非晶質状態でも十分な軟磁気特性を有する。

【0025】

この CoZrTa 膜の上に、連続して、Ta の第 1 の結晶配向制御層をスパッタ成膜する。用いたターゲットは純 Ta である。Ar ガスでスパッタを行い、膜厚約 5 nm の厚さに成膜した。成膜温度は室温、ガス圧は約 1 Pa である。

【0026】

このTa膜の上に、連続して、NiFeCrの第2の結晶配向制御層をスパッタ成膜する。用いたターゲットはNi-15Fe-25Crである。Arガスでスパッタを行い、膜厚約10nmの厚さに成膜した。成膜温度は室温、ガス圧は約1Paである。

【0027】

このNiFeCr膜の上に、下地層であるRu膜をスパッタ成膜する。用いたターゲットは純Ruである。Arガスでスパッタを行い、膜厚約20nmの厚さに成膜した。成膜温度は室温、ガス圧は約4Paである。このようにして成膜したRu下地層の表面を、0.1~10Paの圧力でAr+1~10%O₂ガス雰囲気中に1~20秒程度曝してRu表面に適度な量の酸素を吸着させる。

【0028】

次に、このRu下地層の上に、Co-SiO₂/Pt多層積層膜からなる垂直配向した磁性層をスパッタリングにより形成する。用いたターゲット組成はCo-9molSiO₂と純Ptであり、これらのターゲットを同時に放電してスパッタさせながら回転させることで、Co-SiO₂層とPt層とを交互に積層させる。Arガスでスパッタを行い、膜厚はCo-SiO₂層が0.3nm、Pt層が0.1nmである。なお、この成膜は室温で行っており、ガス圧は5Paである。

【0029】

最後に、磁性層の最表面に保護層として窒素ドーピングのカーボン(C:N)膜をスパッタリング法により形成する。ターゲットをカーボン、スパッタガスをAr+4%N₂ガスとし、膜厚約7nmで成膜した。なお、成膜温度は室温、Arガス圧は約1Paである。

【0030】

図2は、本発明の垂直磁気記録媒体が備える結晶配向制御層の効果を説明するための図で、第1および第2の結晶配向制御層であるTa層およびNiFeCr層を順次成膜した上にRu下地層を成膜し、さらにCo-SiO₂/Pt磁性層を成膜した試料から得られたX線回折パターンである。この図から、Ru下地層からは(002)面からのみの回折が認められ、結晶配向制御層がRu下地層を

c 軸配向させるのに有効に作用していることが分る。

【 0 0 3 1 】

図 3 は、Ru 下地層の表面に酸素を吸着させる効果を説明するための図で、上述した方法で作製された本発明の垂直磁気記録媒体から得られた磁化曲線である。この図において、保磁力 (H_c) 付近の磁化曲線の傾きは大きく、粒子間の磁氣的相互作用が小さくなっていることを示している。すなわち、Ru 下地層の表面に酸素を吸着させることにより、記録再生が容易化されるという効果を奏する。

【 0 0 3 2 】

(比較例)

表 1 は、本発明で採用する $Co-SiO_2$ 層と Pt 層とを交互に多層積層させた $Co-SiO_2/Pt$ 磁性層 (本発明品) の保磁力を、従来の Co にボロン (B) を添加した $Co-B$ 層と Pt 層を積層させて得られた $Co-B/Pt$ 磁性層 (従来品) の保磁力と比較した結果を纏めたものである。なお、 $Co-B/Pt$ 磁性層の下地層としては Pt 層を用いた。

【 0 0 3 3 】

【表 1】

試料	$H_c(Oe)$	S	$M_s(emu/cc)$	$H_n(Oe)$	α
Pt/(CoB/Pt)	5120	1.0	348	4500	8.5
Ru/(CoSiO ₂ /Pt)	6290	1.0	542	2500	1.8

【 0 0 3 4 】

本発明で採用する $Co-SiO_2/Pt$ 磁性層の保磁力は、 $Co-B/Pt$ 磁性層の保磁力に比較して 1000 Oe 以上高く、また、磁化曲線の傾き (α) も 8.5 から 1.8 へと大きく低下している。

【 0 0 3 5 】

このように、Ru 下地層の上に $Co-SiO_2$ 層と Pt 層とを交互に多層積層させることで、高い保磁力と緩やかな磁化曲線の傾きとを同時に可能とする垂直磁気記録媒体を得ることができる。

【 0 0 3 6 】

表 2 は、これらの 2 つの垂直磁気記録媒体の結晶磁気異方性を評価した結果を纏めたもので、結晶磁気異方性定数 (K_u) が大きいほど媒体の熱安定性が高いことを意味する。

【0037】

【表 2】

試料	K_u (erg/cc)
Pt/(CoB/Pt)	5.0×10^6
Ru/(CoSiO ₂ /Pt)	5.3×10^6

【0038】

この表から分るように、本発明で採用する Co-SiO₂/Pt 磁性層の K_u は、Co-B/Pt 磁性層の K_u に比較して僅かながらではあるが高く、熱安定性が向上していることが分る。

【0039】

このように、本発明の垂直磁気記録媒体は、従来の垂直磁気記録媒体に比較して優れた磁気特性を示すことが理解できる。

【0040】

図 4 は、従来品と本発明品の各々の記録再生特性である再生出力を説明するための図で、このグラフの横軸は線記録密度であり、縦軸は SNR である。この評価には、面内媒体用のリングヘッドを用いている。

【0041】

Pt 下地層の上に Co-B 層と Pt 層とを積層させた従来品では、400 kFCI 程度の記録密度までしか再生できていないのに対して、Ru 下地層の上に Co-SiO₂ (9 mol% 添加) 層と Pt 層とを積層させた本発明品では、540 kFCI 以上でも再生信号が検出されており、高い線記録密度まで再生可能なことが分る。

【0042】

図 5 は、従来品と本発明品の記録再生特性である媒体ノイズを説明するための図で、このグラフの横軸は線記録密度であり、縦軸はノイズである。この評価にも面内媒体用のリングヘッドを用いている。

【0043】

Pt下地層の上にCo-B層とPt層とを積層させた従来品では、200kFCI以上になるとノイズ出力が低下しており、十分な記録再生が行われていないことを示しており、また、ノイズ自体も大きい。これに対して、Ru下地層の上にCo-SiO₂（9mol%添加）層とPt層とを積層させた本発明品では、すべての線記録密度で従来品より低ノイズであることに加え、540kFCIまでノイズの増加が確認できており十分な記録再生特性が得られている。

【0044】

図6は、従来品と本発明品の記録再生特性であるSNRを説明するための図で、このグラフの横軸は線記録密度であり、縦軸はSNRである。この評価にも面内媒体用のリングヘッドを用いている。

【0045】

Pt下地層の上にCo-B層とPt層とを積層させた従来品に比較して、Ru下地層の上にCo-SiO₂（9mol%添加）層とPt層とを積層させた本発明品では、すべての線記録密度で圧倒的に高いSNRを示し540kFCIまで記録再生が充分に行われている。

【0046】

このように、本発明の垂直磁気記録媒体の構成は記録再生特性の向上に効果的であり、記録密度の向上にも寄与することが分る。

【0047】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の垂直磁気記録媒体によれば、磁性層としてCo-SiO₂層とPt層とを交互に多層積層されたCo-SiO₂/Ptを用いることとし、また、下地層として、表面に酸素吸着させたRu下地層を用い、さらに、Ru下地層の結晶をc軸配向させて保磁力を向上させることを目的とする結晶配向制御層を設けることとしたので、低媒体ノイズで記録再生特性に優れる垂直磁気記録媒体を提供することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の垂直磁気記録媒体の構成例を説明するための図である。

【図 2】

本発明の垂直磁気記録媒体が備える結晶配向制御層の効果を説明するための図である。

【図 3】

R u 下地層の表面に酸素を吸着させる効果を説明するための図である。

【図 4】

従来品と本発明品の各々の記録再生特性である再生出力を説明するための図である。

【図 5】

従来品と本発明品の記録再生特性である媒体ノイズを説明するための図である。

【図 6】

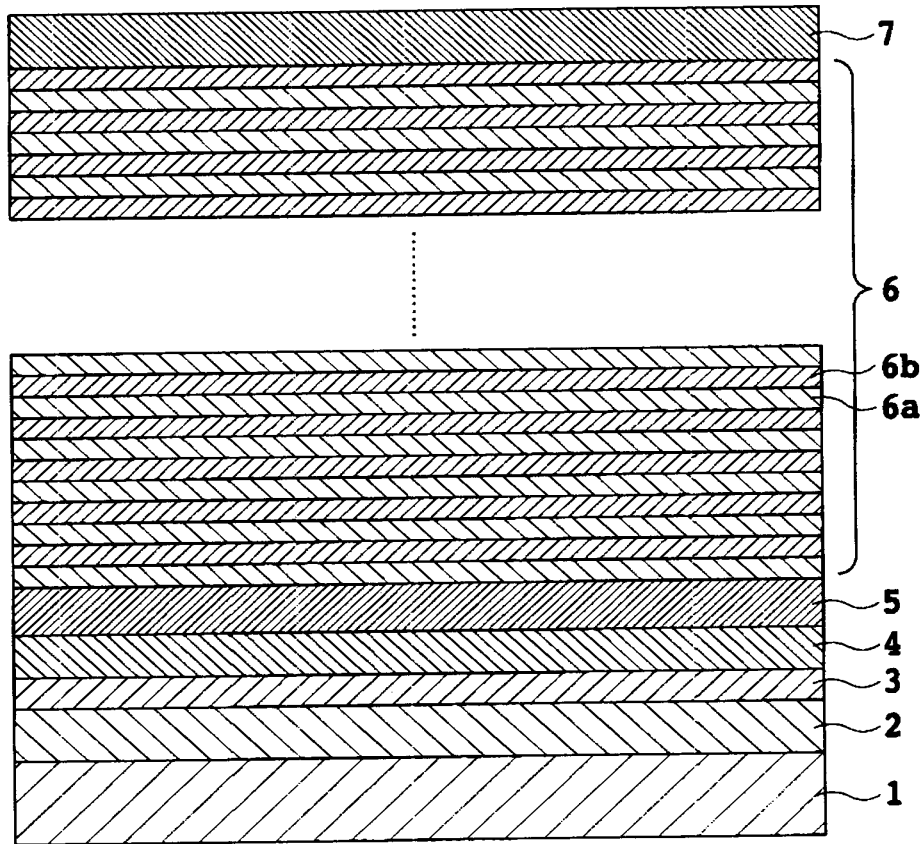
従来品と本発明品の記録再生特性である S N R を説明するための図である。

【符号の説明】

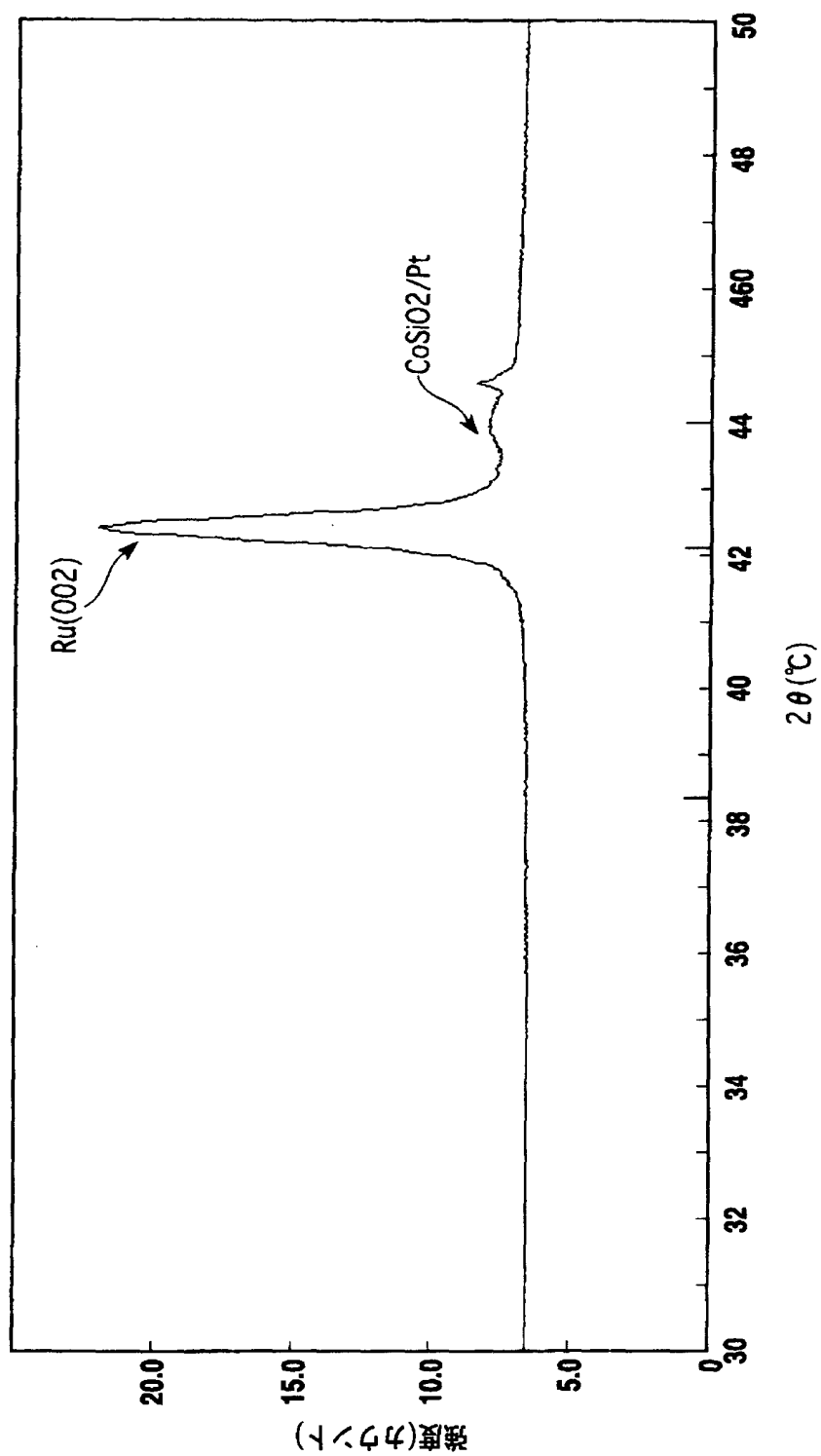
- 1 基板
- 2 裏打ち層
- 3 第 1 の結晶配向制御層
- 4 第 2 の結晶配向制御層
- 5 下地層
- 6 磁性層
- 7 C 保護層

【書類名】 図面

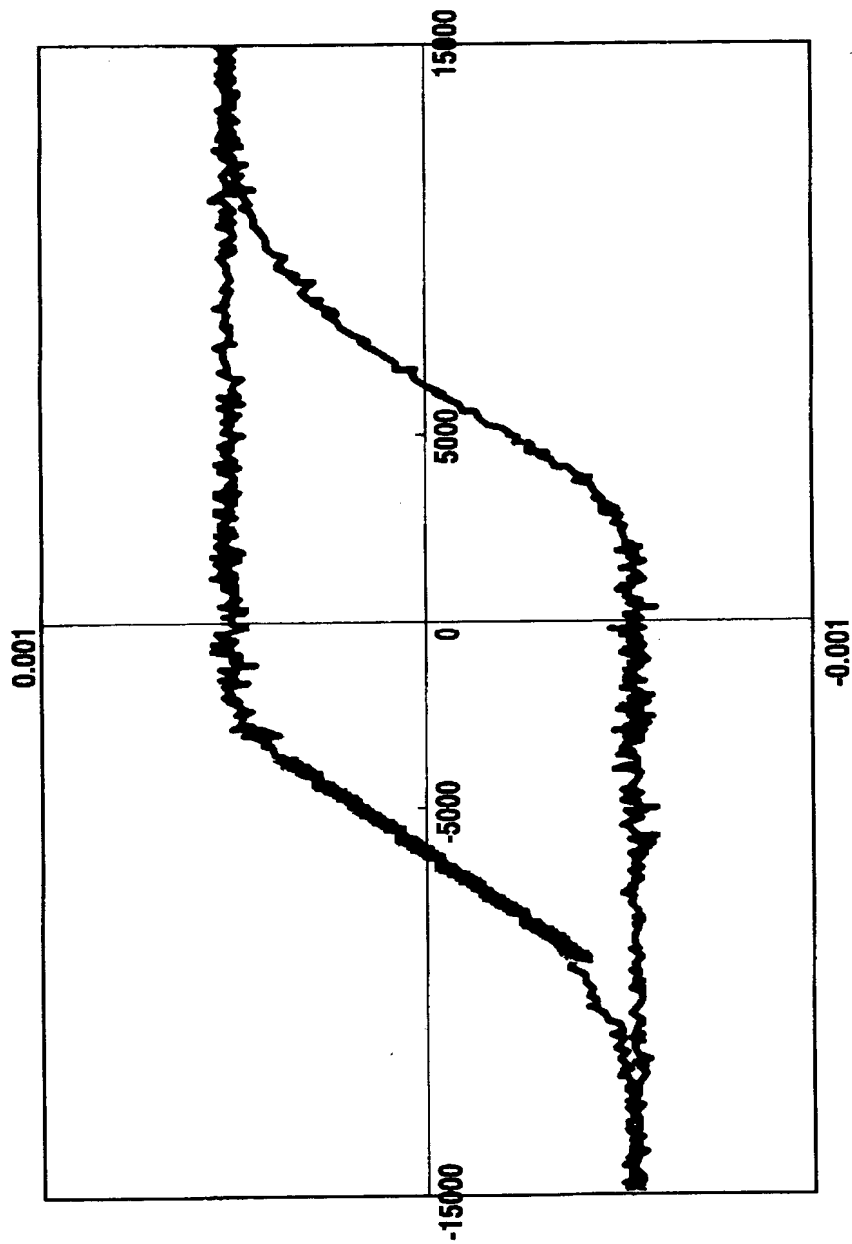
【図 1】



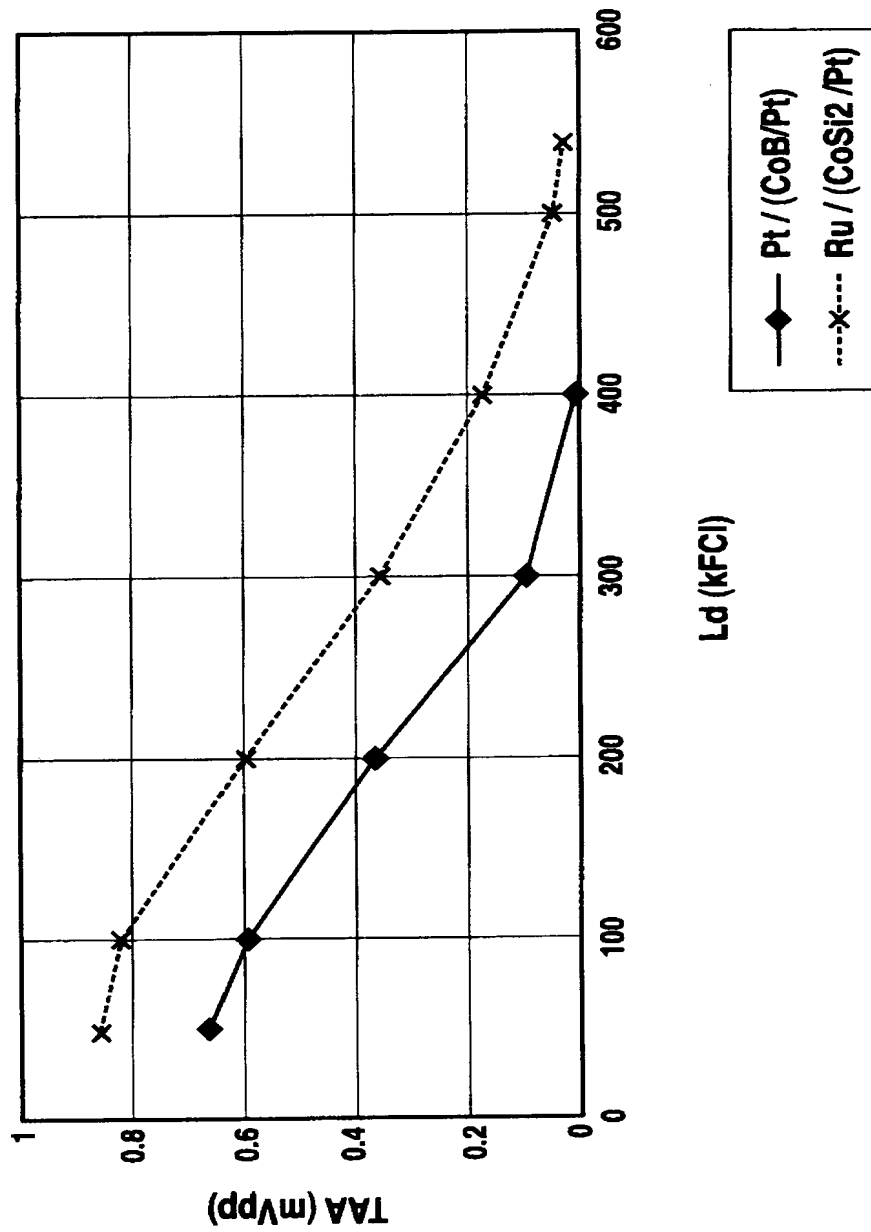
【図 2】



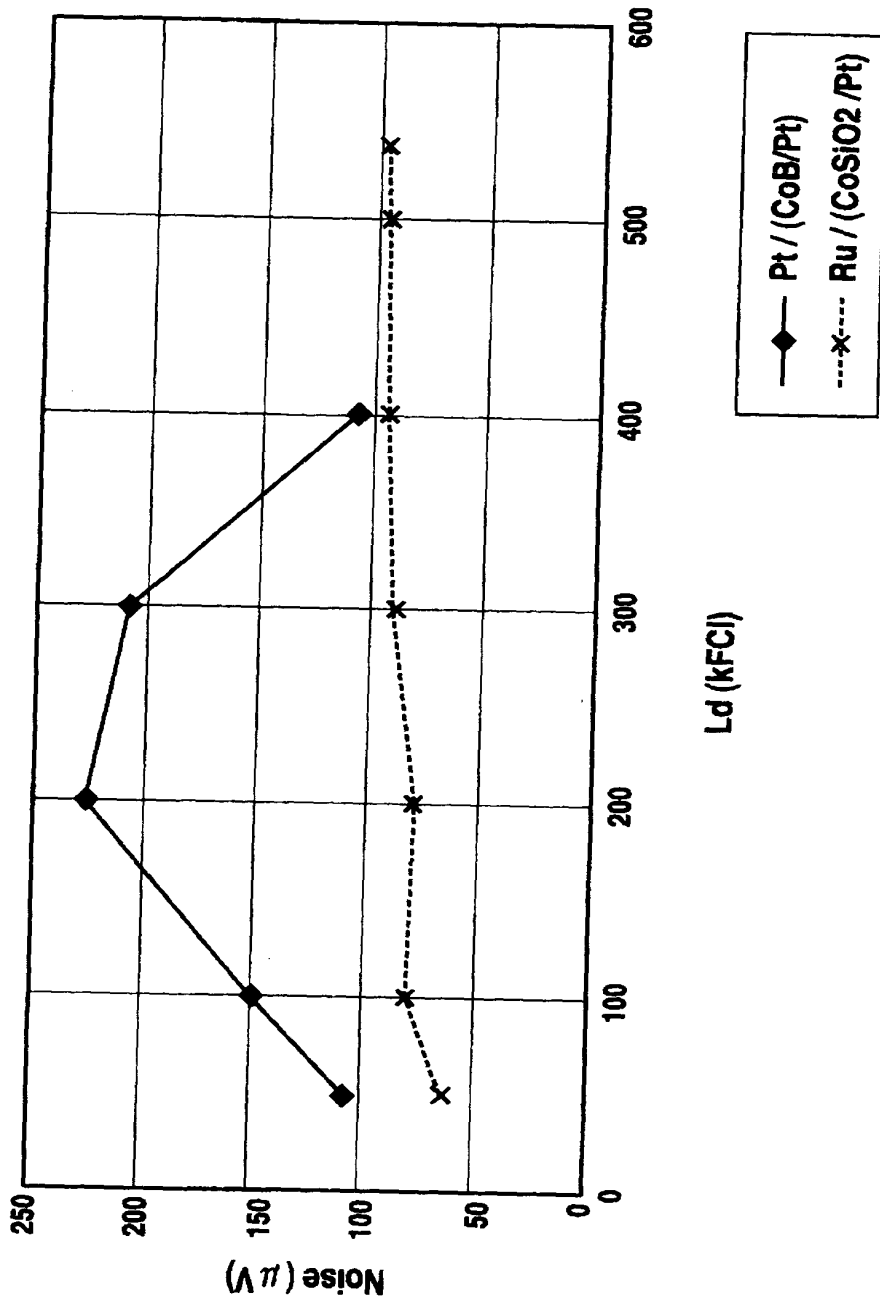
【図 3】



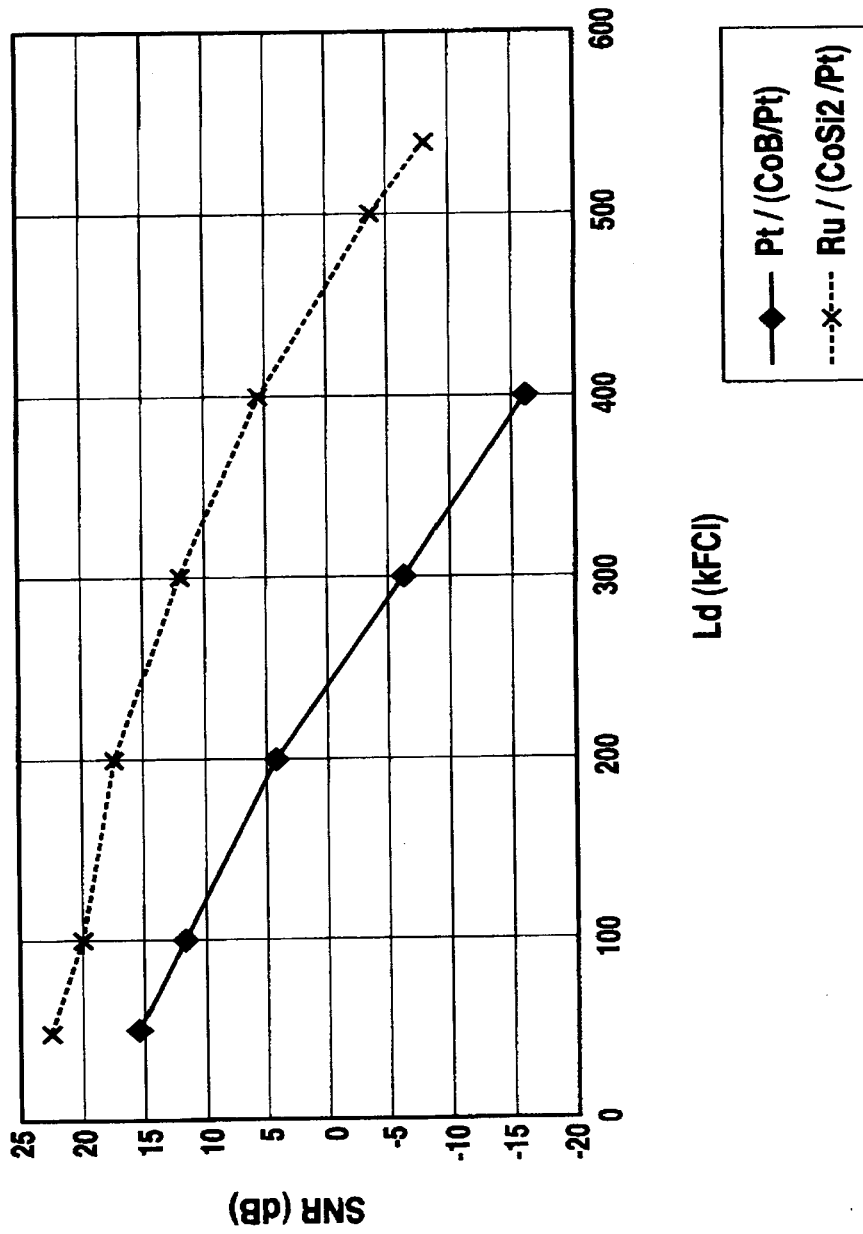
【図4】



【図 5】



【図 6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 低媒体ノイズで記録再生特性に優れる垂直磁気記録媒体およびその製造方法を提供すること。

【解決手段】 磁性層6としてCo-SiO₂層6bとPt層6aとを交互に多層積層されたCo-SiO₂/Ptを用いることとし、CoにSiO₂を添加することでCo粒子間に非磁性のSiO₂を偏析させてCo粒子の微細化・孤立化を図るとともに、熱安定性を向上させる。また、下地層5として表面に酸素吸着させたRu下地層を用いることにより、Hc付近での磁化曲線の傾きを緩やかにして垂直磁性層の粒子間の磁氣的相互作用を小さくし記録再生を容易化する。さらに、Ru下地層5の結晶をc軸配向させて保磁力を向上させることを目的として、結晶配向制御用に第1の結晶配向制御層3としてTa層、第2の結晶配向制御層4としてNiFeCr層を用いる。

【選択図】 図1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 5 2 3 4]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 9 月 5 日
[変更理由]	新規登録
住 所	神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号
氏 名	富士電機株式会社